

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-31752

(P2001-31752A)

(43)公開日 平成13年2月6日(2001.2.6)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコト*(参考)
C 0 8 G 64/04		C 0 8 G 64/04	4 J 0 0 2
	64/30	64/30	4 J 0 2 9
C 0 8 K 5/49		C 0 8 K 5/49	
C 0 8 L 69/00		C 0 8 L 69/00	

審査請求 未請求 請求項の数7 O L (全 16 頁)

(21)出願番号	特願平11-207247	(71)出願人	000215888 帝人化成株式会社 東京都千代田区内幸町 1 丁目 2 番 2 号
(22)出願日	平成11年7月22日(1999.7.22)	(72)発明者	大平 洋二 東京都千代田区内幸町 1 丁目 2 番 2 号 帝 人化成株式会社内
		(74)代理人	100077263 弁理士 前田 純博

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 芳香族ポリカーボネート樹脂組成物

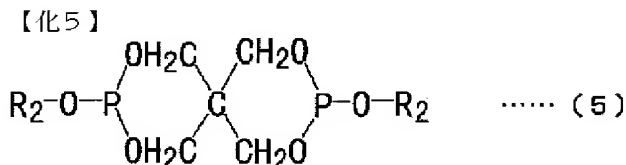
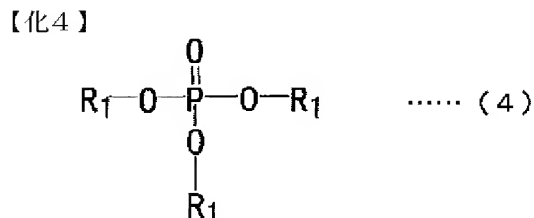
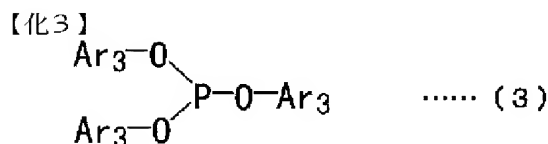
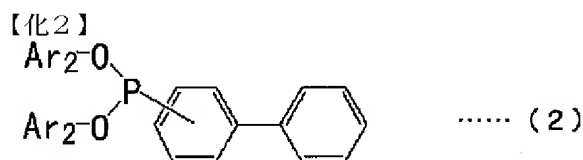
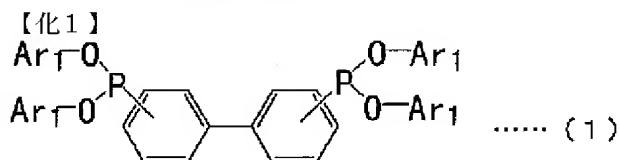
(57)【要約】

【課題】 ポリカーボネート樹脂本来の透明性を保ちつつ、成形耐熱性、耐湿熱疲労性、接着性に優れ、また光ディスク基板内に白色欠点が発生し難い熔融重合法の芳香族ポリカーボネート樹脂組成物を提供する。

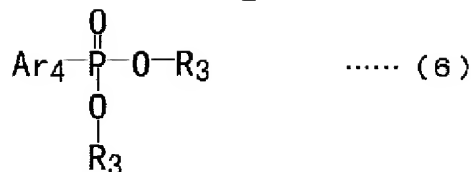
【解決手段】 (A) 蛍光スペクトルを測定したとき(励起波長320nm)、基準物質に対する465nmにおける相対蛍光強度が $4 \times 10^{-3}$ 以下および粘度平均分子量が10,000~50,000であり、且つ二価フェノールと炭酸エステルとから熔融重合して得られた芳香族ポリカーボネート樹脂100重量部と、(B) 亜リン酸、塩素原子および塩素イオン濃度が1~11000ppmであり、且つ特定の化学構造を有する6種の化合物から選ばれた少なくとも1種のリン系安定剤0.001~0.15重量部からなる芳香族ポリカーボネート樹脂組成物。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) 蛍光スペクトルを測定したとき (励起波長320nm)、基準物質に対する465nmにおける相対蛍光強度が $4 \times 10^{-3}$ 以下および粘度平均分子量が10,000~50,000であり、且つ二価フェノールと炭酸エステルとから熔融重合して得られた芳香族ポリカーボネート樹脂100重量部と、(B) 亜リン酸、塩素原子および塩素イオン濃度が1~11000ppmであり、且つ下記一般式(1)で表される化合物(B-1成分)、下記一般式(2)で表される化合物(B-2成分)、下記一般式(3)で表される化合物(B-3成分)、下記一般式(4)で表される化合物(B-4成分)、下記一般式(5)で表される化合物(B-5成分)および下記一般式(6)で表される化合物(B-6成分)から選ばれた少なくとも1種のリン系安定剤0.0001~0.15重量部からなる芳香族ポリカーボネート樹脂組成物。



【化6】



[式中、Ar<sub>1</sub>、Ar<sub>2</sub>、Ar<sub>4</sub>はアルキル置換基があってもよい芳香族基であって、同一でも異なってもよい。またAr<sub>3</sub>はジアルキル置換芳香族基であって、同一でも異なってもよい。さらにR<sub>1</sub>、R<sub>2</sub>、R<sub>3</sub>はアルキル基またはアルキル置換基があってもよい芳香族基であって、同一でも異なってもよい。]

【請求項2】 炭酸エステルがジフェニルカーボネートである請求項1記載の芳香族ポリカーボネート樹脂組成物。

【請求項3】 リン系安定剤が上記一般式(1)で表される化合物(B-1成分)、上記一般式(2)で表される化合物(B-2成分)、上記一般式(3)で表される化合物(B-3成分)からなり、その合計を100重量%とした時、B-1成分が40~80重量%、B-2成分が5~25重量%およびB-3成分が5~50重量%からなるリン系安定剤組成物である請求項1記載の芳香族ポリカーボネート樹脂組成物。

【請求項4】 リン系安定剤がB-3成分である請求項1記載の芳香族ポリカーボネート樹脂組成物。

【請求項5】 リン系安定剤が亜リン酸およびB-3成分からなるリン系安定剤組成物である請求項1記載の芳香族ポリカーボネート樹脂組成物。

【請求項6】 リン系安定剤がB-5成分である請求項1記載の芳香族ポリカーボネート樹脂組成物。

【請求項7】 リン系安定剤がB-6成分である請求項1記載の芳香族ポリカーボネート樹脂組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ポリカーボネート樹脂本来の透明性を保ちつつ、成形耐熱性、耐湿熱疲労性、接着性に優れ、また光ディスク基板内に白色欠点が発生し難い熔融重合法の芳香族ポリカーボネート樹脂組成物に関する。

## 【0002】

【従来の技術】ポリカーボネート樹脂は透明性、耐熱性、耐湿熱性、加工性及び機械的強度等に優れているが故に電気部品、建材部品、自動車部品等に広く利用されている。

【0003】このような芳香族ポリカーボネート樹脂の製造方法としては、ビスフェノールAなどの二価フェノールにホスゲンと直接反応させる方法(界面重合法)、あるいはビスフェノールなどの二価フェノールとジフェニルカーボネートなどのジアルキルカーボネートとを熔融状態でエステル交換反応させ重合する方法(以下、熔融

法と称することがある。)などが知られている。このような製造方法のなかで、二価フェノールとジアリルカーボネートとのエステル交換反応させる方法は、界面重合法による製造に比べて、ホスゲンやメチレンクロライド等のハロゲン化合物を使用する問題がなく、環境に対する負荷が少なく且つ安価に製造できる利点があり、有望な技術である。

【0004】溶融重合したポリカーボネート樹脂の色相安定性、耐熱性等を向上させるため、溶融重合終了後ポリカーボネート樹脂を溶融状態に保ったまま耐熱安定剤を添加する方法が、特開平04-103626号公報、特開平05-9286号公報、特開平05-23933号公報等に開示されている。しかしながら、かかる組成物に使用されている溶融法芳香族ポリカーボネート樹脂は蛍光強度や安定剤中の塩素含有量が考慮されておらず、近年要求される様になった成形耐熱性、耐湿熱疲労性、接着性の改善が必要である。

【0005】

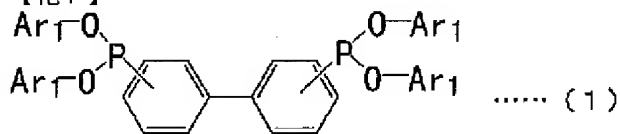
【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、ポリカーボネート樹脂本来の透明性を保ちつつ、成形耐熱性、耐湿熱疲労性、接着性に優れ、また高温高湿下で長時間放置した際、光ディスク基板内に10~100μm程度の球状の白色欠点が発生し難い溶融重合法の芳香族ポリカーボネート樹脂組成物を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明は、(A)蛍光スペクトルを測定したとき(励起波長320nm)、基準物質に対する465nmにおける相対蛍光強度が $4 \times 10^{-3}$ 以下および粘度平均分子量が10,000~50,000であり、且つ二価フェノールと炭酸エステルとから溶融重合して得られた芳香族ポリカーボネート樹脂100重量部と、(B)亜燐酸、塩素原子および塩素イオン濃度が1~11000ppmであり、且つ下記一般式(1)で表される化合物(B-1成分)、下記一般式(2)で表される化合物(B-2成分)、下記一般式(3)で表される化合物(B-3成分)、下記一般式(4)で表される化合物(B-4成分)、下記一般式(5)で表される化合物(B-5成分)および下記一般式(6)で表される化合物(B-6成分)から選ばれた少なくとも1種のリン系安定剤0.0001~0.15重量部からなる芳香族ポリカーボネート樹脂組成物、

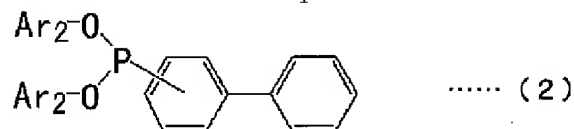
【0007】

【化7】



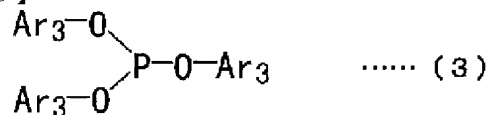
【0008】

【化8】



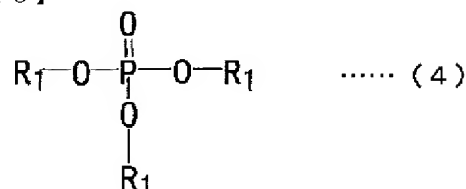
【0009】

【化9】



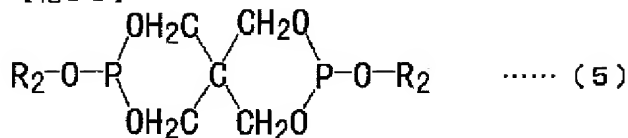
【0010】

【化10】



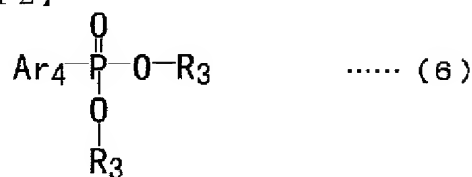
【0011】

【化11】



【0012】

【化12】



【0013】[式中、 $\text{Ar}_1$ 、 $\text{Ar}_2$ 、 $\text{Ar}_4$ はアルキル置換基があってもよい芳香族基であって、同一でも異なってもよい。また $\text{Ar}_3$ はジアルキル置換芳香族基であって、同一でも異なってもよい。さらに $\text{R}_1$ 、 $\text{R}_2$ 、 $\text{R}_3$ はアルキル基またはアルキル置換基があってもよい芳香族基であって、同一でも異なってもよい。]によって達成される。

【0014】以下、本発明についてさらに詳細に説明する。本発明で使用される芳香族ポリカーボネート樹脂は、通常二価フェノールと炭酸エステルとを溶融法で反応させて得られるものである。ここで使用される二価フェノールの代表的な例としては、ヒドロキノン、レゾルシノール、1,6-ジヒドロキシナフタリン、2,6-ジヒドロキシナフタリン、4,4'-ジヒドロキシジフェニル、ビス(4-ヒドロキシフェニル)メタン、1,1'-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-1-フェニ

ルメタン、ビス{(4-ヒドロキシ-3, 5-ジメチル)フェニル}メタン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、1, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-1-フェニルエタン、ビス(4-ヒドロキシフェニル)ジフェニルメタン、ビス(4-ヒドロキシフェニル)-1-ナフチルメタン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン(通称ビスフェノールA)、2-(4-ヒドロキシフェニル)-2-(3-ヒドロキシフェニル)プロパン、2, 2-ビス{(4-ヒドロキシ-3-メチル)フェニル}プロパン、2, 2-ビス{(4-ヒドロキシ-3, 5-ジメチル)フェニル}プロパン、2, 2-ビス{(3, 5-ジブromo-4-ヒドロキシ)フェニル}プロパン、2, 2-ビス{(3, 5-ジクロロ-4-ヒドロキシ)フェニル}プロパン、2, 2-ビス{(3-ブromo-4-ヒドロキシ)フェニル}プロパン、2, 2-ビス{(3-クロロ-4-ヒドロキシ)フェニル}プロパン、4-ブromoフェノール、2, 2-ビス{(3-イソプロピル-4-ヒドロキシ)フェニル}プロパン、2, 2-ビス{(3-フェニル-4-ヒドロキシ)フェニル}プロパン、2, 2-ビス{(3-エチル-4-ヒドロキシ)フェニル}プロパン、2, 2-ビス{(3-n-プロピル-4-ヒドロキシ)フェニル}プロパン、2, 2-ビス{(3-sec-ブチル-4-ヒドロキシ)フェニル}プロパン、2, 2-ビス{(3-tert-ブチル-4-ヒドロキシ)フェニル}プロパン、2, 2-ビス{(3-シクロヘキシル-4-ヒドロキシ)フェニル}プロパン、2, 2-ビス{(3-メトキシ-4-ヒドロキシ)フェニル}プロパン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)ヘキサフルオロプロパン、1, 1-ジブromo-2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)エチレン、1, 1-ジクロロ-2, 2-ビス{(3-フェノキシ-4-ヒドロキシ)フェニル}エチレン、エチレングリコールビス(4-ヒドロキシフェニル)エーテル、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)ブタン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-3-メチルブタン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-3, 3-ジメチルブタン、2, 4-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-2-メチルブタン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)イソブタン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)ペンタン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-4-メチルペンタン、3, 3-ビス(4-ヒドロキシフェニル)ペンタン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-4-イソプロピルシクロヘキサン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキサン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロデカン、9, 9-ビス(4-ヒドロキシフェニル)フルオレン、9, 9-ビス{(4-ヒド

ロキシ-3-メチル)フェニル}フルオレン、 $\alpha$ ,  $\alpha'$ -ビス(4-ヒドロキシフェニル)-o-ジイソプロピルベンゼン、 $\alpha$ ,  $\alpha'$ -ビス(4-ヒドロキシフェニル)-m-ジイソプロピルベンゼン、 $\alpha$ ,  $\alpha'$ -ビス(4-ヒドロキシフェニル)-p-ジイソプロピルベンゼン、1, 3-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-5, 7-ジメチルアダマンタン、4, 4'-ジヒドロキシジフェニルスルホン、ビス{(3, 5-ジメチル-4-ヒドロキシ)フェニル}スルホン、4, 4'-ジヒドロキシジフェニルスルホキシド、4, 4'-ジヒドロキシジフェニルスルフィド、4, 4'-ジヒドロキシジフェニルケトン、4, 4'-ジヒドロキシジフェニルエーテルおよび4, 4'-ジヒドロキシジフェニルエステルなどがあげられ、これらは単独または2種以上を混合して使用できる。

【0015】なかでもビスフェノールA、2, 2-ビス{(4-ヒドロキシ-3-メチル)フェニル}プロパン、2, 2-ビス{(3, 5-ジブromo-4-ヒドロキシ)フェニル}プロパン、エチレングリコールビス(4-ヒドロキシフェニル)エーテル、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)ヘキサフルオロプロパン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)ブタン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキサン、4, 4'-ジヒドロキシジフェニルスルホン、ビス{(3, 5-ジメチル-4-ヒドロキシ)フェニル}スルホン、4, 4'-ジヒドロキシジフェニルスルホキシド、4, 4'-ジヒドロキシジフェニルスルフィド、および4, 4'-ジヒドロキシジフェニルケトンからなる群より選ばれた少なくとも1種のビスフェノールより得られる単独重合体または共重合体が好ましく、特に、ビスフェノールAの単独重合体が好ましく使用される。

【0016】炭酸エステルとしては、具体的には、ジフェニルカーボネート、ジトリルカーボネート、ビス(クロロフェニル)カーボネート、m-クレジルカーボネート、ジナフチルカーボネート、ビス(ジフェニル)カーボネート、ジメチルカーボネート、ジエチルカーボネート、ジブチルカーボネート、ジシクロヘキシルカーボネートなどが挙げられるが、これらに限定されない。好ましくは、ジフェニルカーボネートを使用する。これら炭酸エステルもまた、単独で用いても良く、また二種以上を組み合わせ用いても良い。

【0017】上記二価フェノールと炭酸エステルを溶融法によって反応させて芳香族ポリカーボネート樹脂を製造するに当たっては、必要に応じて触媒、末端停止剤、二価フェノールの酸化防止剤等を使用してもよい。また芳香族ポリカーボネート樹脂は三官能以上の多官能性芳香族化合物を共重合した分岐芳香族ポリカーボネート樹脂であっても、芳香族または脂肪族の二官能性カルボン酸

を共重合したポリエステルカーボネート樹脂であってもよく、また、得られた芳香族ポリカーボネート樹脂の2種以上を混合した混合物であってもよい。

【0018】三官能以上の多官能性芳香族化合物としては、フロログルシン、フロログルシド、または4, 6-ジメチル-2, 4, 6-トリス(4-ヒドロキシフェニル)ヘプテン-2, 2, 4, 6-トリメチル-2, 4, 6-トリス(4-ヒドロキシフェニル)ヘプタン、1, 3, 5-トリス(4-ヒドロキシフェニル)ベンゼン、1, 1, 1-トリス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、1, 1, 1-トリス(3, 5-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)エタン、2, 6-ビス(2-ヒドロキシ-5-メチルベンジル)-4-メチルフェノール、4-{4-[1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)エチル]ベンゼン}- $\alpha$ ,  $\alpha$ -ジメチルベンジルフェノール等のトリスフェノール、テトラ(4-ヒドロキシフェニル)メタン、ビス(2, 4-ジヒドロキシフェニル)ケトン、1, 4-ビス(4, 4-ジヒドロキシトリフェニルメチル)ベンゼン、又はトリメリット酸、ピロメリット酸、ベンゾフェノンテトラカルボン酸及びこれらの酸クロライド、2-(4-ヒドロキシフェニル)-2-(3'-フェノキシカルボニル-4'-ヒドロキシフェニル)プロパン、2-(4-ヒドロキシフェニル)-2-(3'-カルボキシ-4'-ヒドロキシフェニル)プロパン等が挙げられ、中でも1, 1, 1-トリス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、1, 1, 1-トリス(3, 5-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)エタンが好ましく、特に1, 1, 1-トリス(4-ヒドロキシフェニル)エタンが好ましい。

【0019】溶融法による反応は、通常二価フェノールと炭酸エステルとのエステル交換反応であり、不活性ガスの存在下に二価フェノールと炭酸エステルとを加熱しながら混合して、生成するアルコールまたはフェノールを留出させる方法により行われる。反応温度は生成するアルコールまたはフェノールの沸点等により異なるが、通常120~350℃の範囲である。反応後期には系を10~0.1 Torr程度に減圧して生成するアルコールまたはフェノールの留出を容易にさせる。反応時間は通常1~4時間程度である。

【0020】また、溶融法において重合速度を速めるために重合触媒を用いることができ、かかる重合触媒としては、例えば(i)アルカリ(土類)金属化合物および/または(ii)含窒素塩基性化合物よりなる触媒を用いて縮合される。

【0021】触媒として用いられるアルカリ金属化合物としては、例えばアルカリ金属の水酸化物、炭化水素化物、炭酸塩、酢酸塩、硝酸塩、亜硝酸塩、亜硫酸塩、シアン酸塩、チオシアン酸塩、ステアリン酸塩、水素化ホウ素塩、安息香酸塩、リン酸水素化物、ビスフェノール、フェノールの塩等が挙げられる。

【0022】具体例としては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化リチウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム、炭酸水素リチウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸リチウム、酢酸ナトリウム、酢酸カリウム、酢酸リチウム、硝酸ナトリウム、硝酸カリウム、硝酸リチウム、亜硝酸ナトリウム、亜硝酸カリウム、亜硝酸リチウム、亜硫酸ナトリウム、亜硫酸カリウム、亜硫酸リチウム、シアン酸ナトリウム、シアン酸カリウム、シアン酸リチウム、チオシアン酸ナトリウム、チオシアン酸カリウム、チオシアン酸リチウム、ステアリン酸ナトリウム、ステアリン酸カリウム、ステアリン酸リチウム、水酸化ホウ素ナトリウム、水酸化ホウ素リチウム、水素化ホウ素カリウム、フェニル化ホウ素ナトリウム、安息香酸ナトリウム、安息香酸カリウム、安息香酸リチウム、リン酸水素ジナトリウム、リン酸水素ジカリウム、リン酸水素ジリチウム、ビスフェノールAのジナトリウム塩、ジカリウム塩、ジリチウム塩、フェノールのナトリウム塩、カリウム塩、リチウム塩などが挙げられる。

【0023】触媒として用いられるアルカリ土類金属化合物としては、例えばマグネシウム、カルシウム、バリウム等のアルカリ土類金属の水酸化物、炭化水素化物、炭酸塩、酢酸塩、硝酸塩、亜硝酸塩、亜硫酸塩、シアン酸塩、チオシアン酸塩、ステアリン酸塩、水素化ホウ素塩、安息香酸塩、リン酸水素化物、ビスフェノール、フェノールの塩等が挙げられる。

【0024】これらアルカリ金属化合物及びアルカリ土類金属化合物中では、アルカリ金属化合物が溶融重合の触媒として好適である。

【0025】触媒としてのアルカリ金属化合物は、二価フェノール1モルに対し $10^{-8}$ ~ $10^{-5}$ モルの範囲で使用しうる。上記使用範囲を逸脱すると、得られる芳香族ポリカーボネートの諸物性に悪影響を及ぼしたり、また、エステル交換反応が十分に進行せず高分子量の芳香族ポリカーボネート樹脂が得られない等の問題があり好ましくない。

【0026】また、触媒としての含窒素塩基性化合物としては、例えばテトラメチルアンモニウムヒドロキシド( $\text{Me}_4\text{NOH}$ )、テトラエチルアンモニウムヒドロキシド( $\text{Et}_4\text{NOH}$ )、テトラブチルアンモニウムヒドロキシド( $\text{Bu}_4\text{NOH}$ )、ベンジルトリメチルアンモニウムヒドロキシド( $\phi\text{-CH}_2(\text{Me})_3\text{NOH}$ )、ヘキサデシルトリメチルアンモニウムヒドロキシドなどのアルキル、アリール、アルキルアリール基などを有するアンモニウムヒドロキシド類、トリエチルアミン、トリブチルアミン、ジメチルベンジルアミン、ヘキサデシルジメチルアミンなどの3級アミン類、あるいはテトラメチルアンモニウムボロハイドライド( $\text{Me}_4\text{NBH}_4$ )、テトラブチルアンモニウムボロハイドライド( $\text{Bu}_4\text{NBH}_4$ )、テトラブチルアンモニウムテトラフ

10

20

30

40

50

ェニルボレート ( $\text{Bu}_4\text{NBPh}_4$ )、テトラメチルアンモニウムテトラフェニルボレート ( $\text{Me}_4\text{NBPh}_4$ ) などの塩基性塩などを挙げることができる。これらの中で、テトラメチルアンモニウムヒドロキシド ( $\text{Me}_4\text{NOH}$ )、テトラエチルアンモニウムヒドロキシド ( $\text{Et}_4\text{NOH}$ )、テトラブチルアンモニウムヒドロキシド ( $\text{Bu}_4\text{NOH}$ ) が好ましく、特にテトラメチルアンモニウムヒドロキシド ( $\text{Me}_4\text{NOH}$ ) が好ましい。

【0027】上記含窒素塩基性化合物は、含窒素塩基性化合物中のアンモニウム窒素原子が二価フェノール1モル当り  $1 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-3}$  当量となる割合で用いるのが好ましい。より好ましい割合は同じ基準に対し  $2 \times 10^{-5} \sim 7 \times 10^{-4}$  当量となる割合である。特に好ましい割合は同じ基準に対し  $5 \times 10^{-5} \sim 5 \times 10^{-4}$  当量となる割合である。

【0028】本発明においては所望により、アルカリ金属やアルカリ土類金属のアルコキシド類、アルカリ金属やアルカリ土類金属の有機酸塩類、亜鉛化合物類、ホウ素化合物類、アルミニウム化合物類、珪素化合物類、ゲルマニウム化合物類、有機スズ化合物類、鉛化合物類、オスミウム化合物類、アンチモン化合物類、マンガン化合物類、チタン化合物類、ジルコニウム化合物類などの通常エステル化反応、エステル交換反応に使用される触媒を用いることができる。触媒は単独で使用してもよいし、2種以上組み合わせ使用してもよい。これらの重合触媒の使用量は、原料の二価フェノール1モルに対し、好ましくは  $1 \times 10^{-9} \sim 1 \times 10^{-5}$  当量、より好ましくは  $1 \times 10^{-8} \sim 5 \times 10^{-6}$  当量の範囲で選ばれる。

【0029】本発明の熔融重合された芳香族ポリカーボネート樹脂では、その相対蛍光強度を  $4 \times 10^{-3}$  以下に抑えることが肝要である。この相対蛍光強度が  $4 \times 10^{-3}$  を越えると、芳香族ポリカーボネート樹脂シートの接着性や印刷性の低下等の新たな問題が発生する。この相対蛍光強度は  $3 \times 10^{-3}$  以下が好ましく、最も好ましくは  $2 \times 10^{-3}$  以下である。

【0030】このような芳香族ポリカーボネート樹脂の熱分解、および機械的分解が少ない蛍光強度が特定値以下の芳香族ポリカーボネートを得るためには、下記のようにエステル交換触媒の量を規定すること、該エステル交換触媒をスルホン酸系化合物により失活すること、ポリカーボネートの分子末端についてヒドロキシ基の全分子末端にしめる割合を規定すること、および芳香族ポリカーボネートの分子末端を封止することが好ましい。

【0031】また熔融重縮合反応における芳香族ポリカーボネート樹脂温度を常に  $255^\circ\text{C}$  以下に保つことが、熱分解、および機械的分解が少ない蛍光強度が特定値以下の芳香族ポリカーボネートを得るために好ましい。

【0032】また重合槽攪拌翼の攪拌について、下記式  
 攪拌剪断速度 = 攪拌翼の周速 / 反応釜と攪拌翼の隙間の長さ  
 [ここで攪拌剪断速度の単位は  $1/\text{sec}$ 、攪拌翼

の周速の単位は  $\text{cm}/\text{sec}$  攪拌翼の隙間の長さの単位は  $\text{cm}$  である] で表される重合槽攪拌翼の攪拌剪断速度 (単位:  $1/\text{sec}$ ) を攪拌翼半径 (単位:  $\text{cm}$ ) の2乗で割った数値を  $0.1 \sim 0.001$  ( $1/\text{sec} \times \text{cm}^2$ ) とすることが、熱分解、および機械的分解が少ない蛍光強度が特定値以下の芳香族ポリカーボネートを得るために好ましい。

【0033】これらの芳香族ポリカーボネートの製造における触媒系については、塩基性窒素化合物と、アルカリ金属化合物を併用し、アルカリ金属化合物の使用量をビスフェノールA 1モル当り  $5.0 \times 10^{-6}$  モル以下に抑えることによりエステル交換反応も、工業的に有利に進み、流動性、色調良好なポリカーボネートを得ることができる。

【0034】また、かかる重合反応において、フェノール性の末端基を減少するために、重縮反応の後期あるいは終了後に、例えばフェノール、p-tert-ブチルフェノール、p-tert-ブチルフェニルフェニルカーボネート、p-tert-ブチルフェニルカーボネート、p-クミルフェノール、p-クミルフェニルフェニルカーボネート、p-クミルフェニルカーボネート、ビス(クロロフェニル)カーボネート、ビス(ブromoフェニル)カーボネート、ビス(ニトロフェニル)カーボネート、ビス(フェニルフェニル)カーボネート、クロロフェニルフェニルカーボネート、ブromoフェニルフェニルカーボネート、ニトロフェニルフェニルカーボネート、ジフェニルカーボネート、メトキシカルボニルフェニルフェニルカーボネート、2, 2, 4-トリメチル-4-(4-ヒドロキシフェニル)クロマン2, 4, 4-トリメチル-2-(4-ヒドロキシフェニル)クロマンおよびエトキシカルボニルフェニルフェニルカーボネート等の化合物を加えることが好ましい。なかでも2-クロロフェニルフェニルカーボネート、2-メトキシカルボニルフェニルフェニルカーボネートおよび2-エトキシカルボニルフェニルフェニルカーボネートが好ましく、特に2-メトキシカルボニルフェニルフェニルカーボネートが好ましく使用される。

【0035】本発明において末端封鎖剤を用いて芳香族ポリカーボネート樹脂の末端を封鎖することが好ましい。また、末端封鎖剤を添加する前の芳香族ポリカーボネート樹脂の末端水酸基濃度を全末端に対して20モル%以上、好ましくは30モル%以上、さらに好ましくは40モル%以上に制御することが好ましい。かくすることにより、特定の末端基を高い割合で導入でき、芳香族ポリカーボネート樹脂の改質効果を高めることができる。通常は、芳香族ポリカーボネート樹脂の末端水酸基濃度が、全末端のうち水酸基が30~95モル%の範囲の芳香族ポリカーボネート樹脂に末端封鎖剤を用いることが有利である。また、末端封鎖剤を添加する前の芳香族ポリカーボネート樹脂水酸基の末端割合は、原料であ

る二価フェノールとジフェニルカーボネートの仕込み比によってコントロールすることができる。ここで芳香族ポリカーボネート樹脂の一定量における末端水酸基濃度のモル数は、常法により<sup>1</sup>H-NMRにより決定できる。本発明の芳香族ポリカーボネート樹脂の末端水酸基濃度は、全末端に対して5〜70モル%が好ましく、より好ましくは10〜60モル%、さらに好ましくは10〜40モル%である。末端水酸基濃度がかかる範囲にあると、分子量低下、色相等が向上する。また、光ディスク用途の芳香族ポリカーボネート樹脂の末端水酸基濃度は、全末端に対して5〜70モル%が好ましく、より好ましくは20〜70モル%、さらに好ましくは30〜60モル%である。

【0036】本発明では、芳香族ポリカーボネート樹脂中の触媒の活性を中和する失活剤を用いることが好ましい。この失活剤の具体例としては、例えばベンゼンスルホン酸、p-トルエンスルホン酸、ベンゼンスルホン酸メチル、ベンゼンスルホン酸エチル、ベンゼンスルホン酸ブチル、ベンゼンスルホン酸オクチル、ベンゼンスルホン酸フェニル、p-トルエンスルホン酸メチル、p-トルエンスルホン酸エチル、p-トルエンスルホン酸ブチル、p-トルエンスルホン酸オクチル、p-トルエンスルホン酸フェニルなどのスルホン酸エステル；さらに、トリフルオロメタンスルホン酸、ナフタレンスルホン酸、スルホン化ポリスチレン、アクリル酸メチル-スルホン化スチレン共重合体、ドデシルベンゼンスルホン酸-2-フェニル-2-プロピル、ドデシルベンゼンスルホン酸-2-フェニル-2-ブチル、オクチルスルホン酸テトラブチルホスホニウム塩、デシルスルホン酸テトラブチルホスホニウム塩、ベンゼンスルホン酸テトラブチルホスホニウム塩、ドデシルベンゼンスルホン酸テトラエチルホスホニウム塩、ドデシルベンゼンスルホン酸テトラブチルホスホニウム塩、ドデシルベンゼンスルホン酸テトラヘキシルホスホニウム塩、ドデシルベンゼンスルホン酸テトラオクチルホスホニウム塩、デシルアンモニウムブチルサルフェート、デシルアンモニウムデシルサルフェート、ドデシルアンモニウムメチルサルフェート、ドデシルアンモニウムエチルサルフェート、ドデシルメチルアンモニウムメチルサルフェート、ドデシルジメチルアンモニウムテトラデシルサルフェート、テトラデシルジメチルアンモニウムメチルサルフェート、テトラメチルアンモニウムヘキシルサルフェート、デシルトリメチルアンモニウムヘキサデシルサルフェート、テトラブチルアンモニウムドデシルベンジルサルフェート、テトラエチルアンモニウムドデシルベンジルサルフェート、テトラメチルアンモニウムドデシルベンジルサルフェート等の化合物を挙げることができるが、これらに限定されない。これらの化合物を二種以上併用することもできる。

【0037】失活剤の中でホスホニウムもしくはアンモ

ニウム塩型の失活剤はそれ自身200℃以上でも特に安定である。そしてその失活剤を芳香族ポリカーボネート樹脂に添加した場合すみやかに重縮合反応触媒を中和し、目的とする芳香族ポリカーボネート樹脂を得ることができる。即ち、重合封鎖反応後に生成する芳香族ポリカーボネートに対し、失活剤を好ましくは0.01〜500ppmの割合で、より好ましくは0.01〜300ppm、特に好ましくは0.01〜100ppmの割合で使用される。

【0038】また、かかる失活剤は、重縮合反応触媒に対する割合では、重縮合反応触媒1モル当り0.5〜50モルの割合で用いるのが好ましい。失活剤を末端封鎖後の芳香族ポリカーボネート樹脂に添加する方法には特に限定されない。例えば、反応生成物である芳香族ポリカーボネート樹脂が熔融状態にある間にこれらを添加してもよいし、一旦芳香族ポリカーボネート樹脂をペレタイズした後再熔融して添加してもよい。前者においては、末端封鎖反応が終了して得られる熔融状態にある重合槽内または押出機内の反応生成物である芳香族ポリカーボネート樹脂が熔融状態にある間に、これらを添加する。

【0039】本発明の熔融重合された芳香族ポリカーボネート樹脂では、その反応を促進するために重合触媒を用いた場合は、重合反応後にも重合触媒が残存することが多い。この残存した触媒を重合反応終了後、そのまま放置すると重合触媒の触媒活性により芳香族ポリカーボネート樹脂の分解や再反応が起こる弊害があるので、かかる残存触媒活性を抑制することが好ましい。

【0040】本発明のリン系安定剤は亜リン酸、塩素原子および塩素イオン濃度が1〜11000ppmであり、且つ上記一般式(1)で表される化合物(B-1成分)、上記一般式(2)で表される化合物(B-2成分)、上記一般式(3)で表される化合物(B-3成分)、上記一般式(4)で表される化合物(B-4成分)、上記一般式(5)で表される化合物(B-5成分)および上記一般式(6)で表される化合物(B-6成分)から選ばれた少なくとも1種のリン系安定剤である。

【0041】本発明のB-1成分の具体的例としては、テトラキス(2,4-ジ-*i*-s-o-プロピルフェニル)-4,4'-ビフェニレンジホスホナイト、テトラキス(2,4-ジ-*n*-ブチルフェニル)-4,4'-ビフェニレンジホスホナイト、テトラキス(2,4-ジ-*tert*-ブチルフェニル)-4,4'-ビフェニレンジホスホナイト、テトラキス(2,4-ジ-*tert*-ブチルフェニル)-4,3'-ビフェニレンジホスホナイト、テトラキス(2,4-ジ-*tert*-ブチルフェニル)-3,3'-ビフェニレンジホスホナイト、テトラキス(2,6-ジ-*i*-s-o-プロピルフェニル)-4,4'-ビフェニレンジホスホナイト、テトラキス(2,

6-ジ-*n*-ブチルフェニル)-4, 4'-ビフェニレンジホスホナイト、テトラキス(2, 6-ジ-*tert*-ブチルフェニル)-4, 4'-ビフェニレンジホスホナイト、テトラキス(2, 6-ジ-*tert*-ブチルフェニル)-4, 3'-ビフェニレンジホスホナイト、テトラキス(2, 6-ジ-*tert*-ブチルフェニル)-3, 3'-ビフェニレンジホスホナイト等があげられ、テトラキス(ジ-*tert*-ブチルフェニル)-ビフェニレンジホスホナイトが好ましく、テトラキス(2, 4-ジ-*tert*-ブチルフェニル)-ビフェニレンジホスホナイトがより好ましい。このテトラキス(2, 4-ジ-*tert*-ブチルフェニル)-ビフェニレンジホスホナイトは、2種以上の混合物が好ましく、具体的にはテトラキス(2, 4-ジ-*tert*-ブチルフェニル)-4, 4'-ビフェニレンジホスホナイト(B-1-1成分)、テトラキス(2, 4-ジ-*tert*-ブチルフェニル)-4, 3'-ビフェニレンジホスホナイト(B-1-2成分)および、テトラキス(2, 4-ジ-*tert*-ブチルフェニル)-3, 3'-ビフェニレンジホスホナイト(B-1-3成分)の3種の混合物がより好ましい。また、この混合物の混合比は、B-1-1成分、B-1-2成分およびB-1-3成分を重量比で100:37~64:4~14の範囲が好ましく、100:40~60:5~11の範囲がより好ましい。

【0042】本発明のB-2成分の具体的例としては、ビス(2, 4-ジ-*iso*-プロピルフェニル)-4-フェニル-フェニルホスホナイト、ビス(2, 4-ジ-*n*-ブチルフェニル)-3-フェニル-フェニルホスホナイト、ビス(2, 4-ジ-*tert*-ブチルフェニル)-4-フェニル-フェニルホスホナイト、ビス(2, 4-ジ-*tert*-ブチルフェニル)-3-フェニル-フェニルホスホナイトビス(2, 6-ジ-*iso*-プロピルフェニル)-4-フェニル-フェニルホスホナイト、ビス(2, 6-ジ-*n*-ブチルフェニル)-3-フェニル-フェニルホスホナイト、ビス(2, 6-ジ-*tert*-ブチルフェニル)-4-フェニル-フェニルホスホナイト、ビス(2, 6-ジ-*tert*-ブチルフェニル)-3-フェニル-フェニルホスホナイト等が\*

\*あげられ、ビス(ジ-*tert*-ブチルフェニル)-フェニル-フェニルホスホナイトが好ましく、ビス(2, 4-ジ-*tert*-ブチルフェニル)-フェニル-フェニルホスホナイトがより好ましい。このビス(2, 4-ジ-*tert*-ブチルフェニル)-フェニル-フェニルホスホナイトは、2種以上の混合物が好ましく、具体的にはビス(2, 4-ジ-*tert*-ブチルフェニル)-4-フェニル-フェニルホスホナイト(B-2-1成分)および、ビス(2, 4-ジ-*tert*-ブチルフェニル)-3-フェニル-フェニルホスホナイト(B-2-2成分)の混合物がより好ましい。また、この混合物の混合比は、B-2-1成分および、B-2-2成分を重量比で5:1~4の範囲が好ましく、5:2~3の範囲がより好ましい。

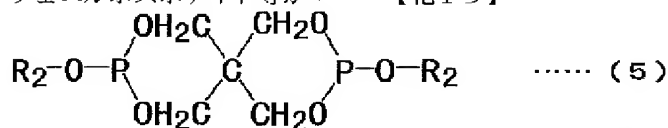
【0043】本発明のB-3成分の具体的例としては、トリス(ジメチルフェニル)ホスファイト、トリス(ジエチルフェニル)ホスファイト、トリス(ジ-*iso*-プロピルフェニル)ホスファイト、トリス(ジ-*n*-ブチルフェニル)ホスファイト、トリス(2, 4-ジ-*tert*-ブチルフェニル)ホスファイト、トリス(2, 6-ジ-*tert*-ブチルフェニル)ホスファイト等があげられ、トリス(ジアルキル置換フェニル)ホスファイトが好ましく、トリス(ジ-*tert*-ブチルフェニル)ホスファイトがより好ましく、トリス(2, 4-ジ-*tert*-ブチルフェニル)ホスファイトが特に好ましい。かかるB-3成分の化合物は1種または2種以上の混合物であってもよい。

【0044】本発明のB-4成分の具体的例としては、トリメチルホスフェート、トリエチルホスフェート、トリブチルホスフェート、トリフェニルホスフェート、トリクレジルホスフェート、クレジル・ジフェニルホスフェート等があげられ、トリメチルホスフェート、トリフェニルホスフェートが好ましく、トリメチルホスフェートが最も好ましい。

【0045】本発明のB-5成分は下記一般式(5)で表される化合物であり、

【0046】

【化13】



【0047】〔式中、R<sub>2</sub>はアルキル基またはアルキル置換基があってもよい芳香族基であって、同一でも異なってもよい。〕その具体的例としては、R<sub>2</sub>がフェニル基、2, 4-ジ-*tert*-ブチルフェニル、4-メチル-2, 6-ジ-*tert*-ブチルフェニル、オクタデシル基、ノニルフェニル基のリン系安定剤があげられ、2, 4-ジ-*tert*-ブチルフェニル、オクタデシル基が好ましく、ジオクタデシルペンタエリスリトール※50

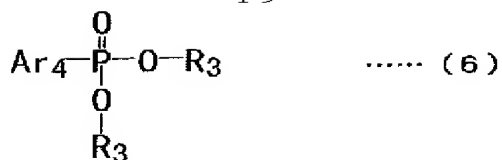
※ルジホスファイトが最も好ましい。

【0048】本発明のB-6成分は下記一般式(6)で表される化合物であり、

【0049】

【化14】





【0050】〔式中、Ar<sub>4</sub>はアルキル置換基があってもよい芳香族基であって、同一でも異なってもよい。R<sub>3</sub>はアルキル基またはアルキル置換基があってもよい芳香族基であって、同一でも異なってもよい。〕その具体的例としては、Ar<sub>4</sub>がフェニル基、トリル基、2,4-ジ-tert-ブチルフェニル等であり、また、R<sub>3</sub>はメチル基、エチル基、n-プロピル基、i-プロピル基、n-ブチル基、tert-ブチル基等である。最も好ましい例としては、ジメチルフェニルホスホネートがあげられる。

【0051】本発明のリン系安定剤は、B-1成分、B-2成分およびB-3成分からなるリン系安定剤組成物、または亜リン酸およびB-3成分からなるリン系安定剤組成物、またはB-3成分、またはB-5成分、またはB-6成分が好ましい。

【0052】本発明のB-1成分、B-2成分およびB-3成分からなるリン系安定剤組成物は、その合計を100重量%とした時、B-1成分が40～80重量%、B-2成分が0～25重量%およびB-3成分が5～50重量%であるリン系安定剤組成物が好ましい。より好ましくは、B-1成分が40～80重量%、B-2成分が5～25重量%およびB-3成分が5～50重量%であり、最も好ましくは、B-1成分が55～80重量%、B-2成分が5～25重量%およびB-3成分が5～45重量%である。

【0053】亜リン酸およびB-3成分からなるリン系安定剤組成物は、その合計を100重量%とした時、亜リン酸が1～80重量%およびB-3成分が20～99重量%であるリン系安定剤組成物が好ましい。より好ましくは、亜リン酸が10～60重量%およびB-3成分が40～90重量%であり、最も好ましくは、亜リン酸が20～45重量%およびB-3成分が55～80重量%である。

【0054】本発明のリン系安定剤またはその組成物の量は、芳香族ポリカーボネート樹脂100重量部に対して、0.0001～0.15重量部の範囲であり、0.002～0.15重量部の範囲がより好ましく、0.02～0.1重量部の範囲が最も好ましい。

【0055】亜リン酸およびB-3成分からなるリン系安定剤組成物の含有量は、芳香族ポリカーボネート樹脂100重量部に対して、亜リン酸が0.0001～0.0020（好ましくは、0.0001～0.0015、より好ましくは、0.0001～0.0010）重量部およびB-3成分が0.0005～0.0300（好ましく

は、0.0005～0.0300、より好ましくは、0.0010～0.0200）重量部の範囲が好ましい。

【0056】本発明でいう「B-1成分～B-6成分のリン系安定剤または、その組成物（以下、リン系安定剤組成物と総称する）中に含まれる塩素原子および塩素イオン」とは、本発明のリン系安定剤または、その組成物に含有した塩素化合物に由来するものである。その塩素化合物は、例えば、製造過程において該安定剤中に生じたり、原料の段階から存在していたものであって、かつ、精製時に除去しきれないものである。これらの塩素化合物は、具体的に、製造（反応、精製など）時に使用した塩素系溶媒、塩素系触媒、未反応塩素、副生したハロゲン化水素、副生したハロゲン化水素のアンモニウムやアミン塩などを挙げることができる。

【0057】該リン系安定剤組成物に含有する塩素化合物を低減する方法には、安定剤の製造において、精製を強化する方法がある。例えば、溶媒を使用した洗浄による精製の場合、洗浄用溶媒を増やしたり、洗浄回数を多くしたり、塩素化合物を選択的に溶解しやすい溶媒を用いること等を挙げることができる。蒸留、あるいは、昇華による精製の場合は、精留塔部を長くして蒸留段数を増やして、分離能を上げる方法等がある。

【0058】また、該リン系安定剤組成物に含有する塩素化合物を低減するために、製造における合成反応終了直後でかつ精製前の時点において、塩素化合物を少なくしておくことも有効である。例えば、使用する塩素系触媒の量を減らすこと、塩素を含まない触媒を用いること、反応溶媒として使用する塩素系溶媒の量を減らすこと、塩素系溶媒を使用しないこと、反応をより完全に完結させること等をあげることができる。反応をより完全に終結させるためには、反応時間を長くしたり、反応温度を上げたり、より活性な触媒を使用したり、原料の仕込みにおいて「塩素化合物に対するフェノール化合物のモル比」を大きくしたり、製造工程に脱塩化水素反応がある場合は、塩化水素の補足効率をあげる方法等を挙げることができる。

【0059】また、該リン系安定剤組成物に「塩化水素と塩化水素補足剤との反応生成物」を含有する場合、これを低減するために、これまで述べた方法以外に、精製段階で除去しやすい「塩化水素と塩化水素補足剤との反応生成物」となるような塩化水素補足剤を使用すること等が挙げられる。

【0060】該リン系安定剤の製造において、触媒として塩素系触媒を使用し、該安定剤中にこの塩素系触媒やそれに由来する塩素系化合物が残存する場合、それらを低減する方法として、これまで述べた方法以外に、精製段階で除去しやすいものを塩素系触媒として選択する方法を挙げることができる。

【0061】該リン系安定剤の製造において、溶媒とし

10

20

30

40

50

て塩素系溶媒を使用する場合、該安定剤中の塩素系溶媒を低減するには、これまで述べた方法以外に、精製段階で非塩素系の溶媒で洗浄したり、乾燥時間を延長する方法等があげられる。

【0062】該リン系安定剤に含有する塩素化合物を低減する方法として、これまで述べた方法を安定剤の生産効率や収率を犠牲にすることなく実施するのが好ましい。しかしながら、本発明の目的を達成するためには、安定剤の生産効率や収率を低下させても、これまで述べた方法を実施してもよい。

【0063】本発明における「塩素原子および塩素イオン濃度」は、任意の方法で測定することができる。例えば、化学分析法、蛍光X線法、燃焼クロル法、ヘッドスペースガスクロマトグラフィー法、パーミアントラップガスクロマトグラフィー法をあげることができる。その中でも、特に好ましいのは、蛍光X線法であり、塩素原子と塩素イオンを同時に測定できる。

【0064】かかる塩素原子および塩素イオン濃度は1~11000ppmであり、好ましくは1~8000ppmであり、より好ましくは1~3000ppmである。

【0065】B-1成分に含有する塩素原子および塩素イオンを完全に取除くことは工業的に困難な面があり、経済的な観点からその濃度は1~20000ppmであり、好ましくは1~14500ppmであり、より好ましくは1~5500ppmである。

【0066】B-2成分に含有する塩素原子および塩素イオンを完全に取除くことは工業的に困難な面があり、経済的な観点からその濃度は1~20000ppmであり、好ましくは1~14500ppmであり、より好ましくは1~5500ppmである。

【0067】B-3成分に含有する塩素原子および塩素イオンを完全に取除くことは工業的に困難な面があり、経済的な観点からその濃度は0.1~50ppmであり、好ましくは0.1~40ppmであり、より好ましくは10~40ppmである。

【0068】また、芳香族ポリカーボネート樹脂には必要に応じて例えば離型剤、トリアゾール系、アセトフェノン系、サリチル酸エステル系等の紫外線吸収剤、ブルーイング剤、テトラブロモビスフェノールA、テトラブロモビスフェノールAの低分子量ポリカーボネート、デカブロモフェニルエーテル等の難燃剤（3~15重量%）、染料、カーボンブラック、酸化チタン等の着色剤（0.001~10重量%）、光拡散剤、滑剤、クマリン、ナフタルイミド、オキサゾール化合物等の蛍光増白剤（0.01~0.1重量%）、帯電防止剤等を配合してもよい。

【0069】本発明のリン系安定剤と併用できる熱安定剤としては、例えばトリフェニルホスファイト、トリスノニルフェニルホスファイト、トリデシルホスファイト

ト、トリオクチルホスファイト、トリオクタデシルホスファイト、ジデシルモノフェニルホスファイト、ジオクチルモノフェニルホスファイト、ジイソプロピルモノフェニルホスファイト、モノブチルジフェニルホスファイト、モノデシルジフェニルホスファイト、モノオクチルジフェニルホスファイト、ビス（2, 6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェニル）ペンタエリスリトールジホスファイト、2, 2-メチレンビス（4, 6-ジ-tert-ブチルフェニル）オクチルホスファイト、ビス（ノニルフェニル）ペンタエリスリトールジホスファイト、ビス（2, 4-ジ-tert-ブチルフェニル）ペンタエリスリトールジホスファイト、テトラキス（2, 4-ジ-tert-ブチルフェニル）-4, 4-ジフェニレンホスホナイト等の亜リン酸のトリエステル、又はエステル部をアルキル基、フェニル基、アルキルアリール基等で置換したジエステル、モノエステルがあげられる。これらは単独で使用しても又は二種以上併用してもよい。かかる燐系熱安定剤の配合量は、芳香族ポリカーボネート樹脂100重量部に対して0.0005~0.1重量部、より好ましくは0.001~0.05重量部である。

【0070】本発明の芳香族ポリカーボネート樹脂組成物には、酸化防止の目的で通常知られた酸化防止剤を配合することもできる。かかる酸化防止剤としては、例えばペンタエリスリトールテトラキス（3-メルカプトプロピオネート）、ペンタエリスリトールテトラキス（3-ラウリルチオプロピオネート）、グリセロール-3-ステアリルチオプロピオネート、トリエチレングリコールビス〔3-（3-tert-ブチル-5-メチル-4-ヒドロキシフェニル）プロピオネート〕、1, 6-ヘキサンジオールビス〔3-（3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル）プロピオネート〕、ペンタエリスリトールテトラキス〔3-（3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル）プロピオネート〕、オクタデシル-3-（3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル）プロピオネート、1, 3, 5-トリメチル-2, 4, 6-トリス（3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンジル）ベンゼン、N, N-ヘキサメチレンビス（3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシ-ヒドロシナマイド）、3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンジルホスホネートジエチルエステル、トリス（3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンジル）イソシアヌレート、4, 4'-ビフェニレンジホスホフィン酸テトラキス（2, 4-ジ-tert-ブチルフェニル）、3, 9-ビス〔1, 1-ジメチル-2-〔β-（3-tert-ブチル-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル）プロピオニルオキシ〕エチル〕-2, 4, 8, 10-テトラオキサスピロ（5, 5）ウンデカン等が挙げられる。これら酸化防止剤の配合量

は、芳香族ポリカーボネート樹脂100重量部に対して0.0001~0.05重量部が好ましい。

【0071】本発明で好ましく使用される紫外線吸収剤は、具体的に、ベンゾフェノン系では、2,4-ジヒドロキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-オクトキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-ベンジロキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシ-5-スルホキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシ-5-スルホキシトリハイドライドイトベンゾフェノン、2,2'-ジヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、2,2',4,4'-テトラヒドロキシベンゾフェノン、2,2'-ジヒドロキシ-4,4'-ジメトキシベンゾフェノン、2,2'-ジヒドロキシ-4,4'-ジメトキシ-5-ソジウムスルホキシベンゾフェノン、ビス(5-ベンゾイル-4-ヒドロキシ-2-メトキシフェニル)メタン、2-ヒドロキシ-4-n-ドデシルオキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシ-2'-カルボキシベンゾフェノン等があげられ、ベンゾトリアゾール系では、2-(2-ヒドロキシ-5-メチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2-ヒドロキシ-5-tert-オクチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2-ヒドロキシ-3,5-ジクミルフェニル)フェニルベンゾトリアゾール、2-(2-ヒドロキシ-3-tert-ブチル-5-メチルフェニル)-5-クロロベンゾトリアゾール、2,2'-メチレンビス[4-(1,1,3,3-テトラメチルブチル)-6-(2N-ベンゾトリアゾール-2-イル)フェノール]、2-(2-ヒドロキシ-3,5-ジ-tert-ブチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2-ヒドロキシ-3,5-ジ-tert-ブチルフェニル)-5-クロロベンゾトリアゾール、2-(2-ヒドロキシ-3,5-ジ-tert-アミルフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2-ヒドロキシ-5-tert-オクチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2-ヒドロキシ-5-tert-ブチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2-ヒドロキシ-4-オクトキシフェニル)ベンゾトリアゾール、2,2'-メチレンビス(4-クミル-6-ベンゾトリアゾールフェニル)、2,2'-p-フェニレンビス(1,3-ベンゾオキサジン-4-オン)、2-[2-ヒドロキシ-3-(3,4,5,6-テトラヒドロフタルイミドメチル)-5-メチルフェニル]ベンゾトリアゾールがあげられ、これらを単独あるいは2種以上の混合物で用いることが出来る。好ましくは、2-(2-ヒドロキシ-5-tert-オクチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2-ヒドロキシ-3,5-ジクミルフェニル)フェニルベンゾトリアゾール、2-(2-ヒドロキシ-3-tert-ブチル-5-メチルフェニル)-5-クロロベンゾトリアゾール、2,2'-メチレンビス[4-(1,1,

3,3-テトラメチルブチル)-6-(2N-ベンゾトリアゾール-2-イル)フェノール]である。

【0072】本発明で好ましく使用する離型剤は、その90%重量以上が一価アルコールと一価脂肪酸のエステルおよび/または多価アルコールと脂肪酸のフルエステルからなる離型剤である。

【0073】本発明で配合される離型剤の中に遊離の脂肪酸や遊離のアルコール、あるいは、多価アルコールの部分エステルが存在すると本発明の目的を達成することができない場合がある。

【0074】本発明で好ましく使用する離型剤であるところの一価または多価アルコールの高級脂肪酸フルエステルは、炭素原子数1~20の一価または多価アルコールと炭素原子数5~30の飽和脂肪酸とのフルエステルであることが好ましい。かかる一価または多価アルコールと飽和脂肪酸とのフルエステルとしては、ステアリルステアレート、パルミチルパルミテート、ブチルステアレート、メチルラウレート、イソプロピルパルミテート、2-エチルヘキシルステアレート、ステアリン酸モノグリセリド、ステアリン酸トリグリセリド、ソルビタンジステアレート、ペンタエリスリトールテトラステアレート、ペンタエリスリトールテトラベラルゴネート、プロピレングリコールジステアレート等が挙げられ、単独あるいは二種以上の混合物で用いることができる。なかでも、ステアリン酸モノグリセリド、ステアリン酸トリグリセリド、ステアリルステアレート、ペンタエリスリトールテトラステアレートが好ましく用いられる。

【0075】本発明で好ましく用いるブルーイング剤の配合量は、樹脂組成物全体の0.05~10ppmであり、好ましくは、0.1~3ppmである。配合量が多すぎるとシート製品等の成形品の青みが強くなって視感透明度が低下し、少なすぎると黄色味を低減し自然な透明感を付与するというブルーイング剤の効果が発現しない場合がある。

【0076】具体的なブルーイング剤としては、例えば一般名Solvent Violet 13 [CA. No (カラーインデックスNo) 60725; 商標名 バイエル社製「マクロレックスバイオレットB」、三菱化学(株)製「ダイアレジンブルーG」、住友化学工業(株)製「スミプラストバイオレットB」、一般名Solvent Violet 31 [CA. No 68210; 商標名 三菱化学(株)製「ダイアレジンバイオレットD」、一般名Solvent Violet 33 [CA. No 60725; 商標名 三菱化学(株)製「ダイアレジンブルーJ」、一般名Solvent Blue 94 [CA. No 61500; 商標名三菱化学(株)製「ダイアレジンブルーN」、一般名Solvent Violet 36 [CA. No 68210; 商標名 バイエル社製「マクロレックスバイオレット3R」、一般名Solvent Blue 97 [商標名

バイエル社製「マクロレックスブルーRR」]および一般名Solvent Blue45[CA. No61110; 商標名 サンド社製「テトラゾールブルーRLS」]、チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社のマクロレックスバイオレットやトリアゾールブルーRLS等があげられ、特に、マクロレックスバイオレットやトリアゾールブルーRLSが好ましい。

【0077】本発明で好ましく使用する光拡散剤は、一般にプラスチックの光拡散板に使用されている無機微粒子や有機微粒子でよく、例えばカオリンに代表されるシリカアルミナ系粘土鉱物(含水珪酸アルミニウム類)、タルクに代表されるシリカマグネシウム系粘土鉱物(含水珪酸マグネシウム類)、硫酸バリウム、珪酸カルシウム、シリカアルミナ、炭酸カルシウム、酸化チタン、酸化珪素等が挙げられる。また、有機微粒子としては架橋構造を有する架橋ポリアクリレート、架橋ポリスチレン等が挙げられる。特に炭酸カルシウム、硫酸バリウム、架橋ポリアクリレート及び架橋ポリスチレンが芳香族ポリカーボネート樹脂への分散性が優れ好ましいものである。使用量は芳香族ポリカーボネート樹脂100重量部に対し0.01~30重量部の範囲で、好ましくは0.1~5重量部の範囲ある。

【0078】本発明の芳香族ポリカーボネート樹脂の分子量は、粘度平均分子量(M)で10,000~50,000であり、10,000~45,000が好ましく、12,000~30,000がより好ましい。かかる粘度平均分子量を有する芳香族ポリカーボネート樹脂は、押し出し加工時の良好な流動性を保ちながら、同時に、得られた芳香族ポリカーボネート樹脂組成物に関し\*

測定条件	装置	日立F4500
	ランプ	Xe、150W
	スリット巾	Ex/Em 各2.5mm
	ホトマル	400W
	サンプル(濃度)	1mg芳香族ポリカーボネート樹脂/5ml塩化メチレン

比較基準物質：サルチル酸フェニル  $1.0 \times 10^{-3} \text{ mg/ml}$  塩化メチレン

#### 【0083】(2) 粘度平均分子量

オストワルド粘度計を用いて芳香族ポリカーボネート樹脂0.7gを塩化メチレン100mlに溶解した溶液の比粘度 $\eta_{sp}$ を20℃で測定し、下記式より粘度平均分子量Mを算出した。

$\eta_{sp}/c = [\eta] + 0.45 \times [\eta]^2 c$  (但し $[\eta]$ は極限粘度)

$$[\eta] = 1.23 \times 10^{-4} M^{0.83}$$

$$c = 0.7$$

#### 【0084】(3) 末端水酸基濃度

芳香族ポリカーボネート樹脂0.02gを0.4mlのクロロホルムに溶解し、20℃で $^1\text{H-NMR}$ (日本電子社製EX-270)を用いて末端水酸基および末端フェニル基を測定し、下記式により末端水酸基濃度を測定※50

\*ても一定の機械的強度を有するので好ましい。また、光ディスク用途では、10,000~20,000がさらに好ましく、12,000~17,000が最も好ましい。

【0079】本発明でいう粘度平均分子量は、塩化メチレン100mlに芳香族ポリカーボネート樹脂0.7gを20℃で溶解した溶液を用いて測定された比粘度( $\eta_{sp}$ )から求める。

【0080】本発明の芳香族ポリカーボネート樹脂にリン系安定剤や添加剤を配合するには、任意の方法が採用される。例えば溶融重合終了後ポリカーボネート樹脂を溶融状態に保ったままリン系安定剤や添加剤を添加する方法やタンブラー、V型ブレンダー、スーパーミキサー、ナウターミキサー、バンバリーミキサー、混練ローラー、押出機等で混合する方法が適宜用いられる。こうして得られる芳香族ポリカーボネート樹脂組成物は、そのまま又は溶融押出機で一旦ペレット状にしてから用いることができる。

#### 【0081】

【実施例】以下に実施例をあげて本発明を更に説明する。なお、実施例中の部は重量部であり、評価は下記の方法によった。

#### 【0082】(1) 相対蛍光強度

下記条件により測定した芳香族ポリカーボネート樹脂の465nm(励起波長320nm)における蛍光強度を基準物質の蛍光強度を測定し、その比(相対蛍光強度=芳香族ポリカーボネート樹脂の蛍光強度/基準物質の蛍光強度)を計算した。

※した。

末端水酸基濃度(モル%) = (末端水酸基数/全末端数)  $\times 100$

#### 【0085】(4) 接着性(接着強度)

押出成形機を用いて厚さ2mmの芳香族ポリカーボネート樹脂組成物シートを得た。このシートの片面に可視光硬化型接着剤[(株)アーデル BENEFIX PC]を塗布し、同じシートを気泡が入らないように一方に押し出すようにしながら積層後、可視光線専用メタルハライドタイプを備えた光硬化装置により5,000mJ/cm<sup>2</sup>の光を照射して得られた積層板の接着強度をJIS K-6852(接着剤の圧縮せん断接着強さ試験方法)に準拠して測定した。

#### (5) 成形耐熱性

射出成形機を用いて芳香族ポリカーボネート樹脂組成物ペレットを成形温度350℃、1分サイクルで「滞留前の色相測定用平板」(70mm×50mm×2mm)に成形した。さらに、シリンダー中に樹脂を10分間滞留させた後、「滞留後の色相測定用平板」を得た。滞留前\*

$$\Delta E = \sqrt{(L - L')^2 + (a - a')^2 + (b - b')^2}$$

滞留前の色相：L、a、b

滞留後の色相：L'、a'、b'

#### 【0087】(6)耐湿熱疲労性

図1に示したいわゆるC型の測定用サンプル(芳香族ポリカーボネート樹脂組成物)を用いて、80℃、90%RHの雰囲気中で、正弦波で振動数1Hz、最大荷重2kgの条件で、以下の疲労試験機[(株)島津製作所製島津サーボパルサーEHF-EC5型]を用いて、測定用サンプルが破断するまでの回数を測定した。表に示した値(破断するまでの回数)が大きいほど、耐湿熱疲労性に優れることを示す。

#### (7)高温高湿処理後の白色欠点

芳香族ポリカーボネート樹脂組成物ペレットを用いてディスク成形機[住友重機(株)製DISK3 MIII]により光ディスク用基板(直径120mm、厚さ1.2mm)を成形した。過酷な雰囲気下に長時間放置した時の白点の増加を再現する為に、ディスクを温度80℃、相対湿度85%に制御した恒温恒湿槽に1000時間保持し、その後偏光顕微鏡を用いて20μm以上の白色欠点の数を数えた。これを25枚の光学用ディスク基板(直径120mm)について行い、その平均値を求め、これを白色欠点個数とした。

【0088】[参照例1]ビスフェノールA、228重量部、ジフェニルカーボネート218重量部及びエステル交換触媒；ビスフェノールAのNa2塩(1.36×10<sup>-5</sup>重量部；Naとして0.1μmol/1molビスフェノールA)及びテトラメチルアンモニウムヒドロキシド(9.1×10<sup>-3</sup>重量部；100μmol/1molビスフェノールA)を攪拌装置、蒸留塔及び減圧装置を備えた重合槽に仕込み窒素置換した後、140℃で溶解した。30分間攪拌後、内温を180℃に昇温し、内圧100mmHgで30分間反応させ、生成するフェノールを溜去した。ついで内温を200℃に昇温しつつ徐々に減圧し50mmHgで30分間フェノールを溜去しつつ反応させた。更に220℃、30mmHgまで徐々に昇温、減圧し、同温度、同圧下で30分間、更に、240℃、10mmHg、250℃、1mmHgまで上記と同じ手順で昇温、減圧を繰り返し反応を続行した。

【0089】最終的に250～255℃で(常に255℃以下に保つよう留意した)、また重合槽攪拌翼の攪拌剪断速度(単位：1/sec)を攪拌翼半径(単位：cm)※50

\*後の平板の色相を色差計により測定し、次式により色差ΔEを求めた。表に示した値(ΔE)が小さいほど成形耐熱性が優れることを示す。

【0086】

【数1】

※m)の2乗で割った数値を0.001(1/sec×cm<sup>2</sup>)に保ちつつポリカーボネートの重縮合を継続した。

【0090】重縮合終了後末端停止剤として2-メトキシカルボニルフェニルフェニルカーボネート1.8部を添加した。その後255℃、1Torr以下で10分間末端封鎖反応を行った。次に熔融状態のまま、触媒失活剤としてドデシルベンゼンスルホン酸テトラブチルホスホニウム塩を0.00029部(5×10<sup>-7</sup>mol/ビスフェノール1mol)添加して255℃、10Torr以下で反応を継続し、粘度平均分子量24,300、末端水酸基濃度14mol%、相対蛍光強度1×10<sup>-3</sup>の芳香族ポリカーボネート樹脂を得た。以下、この芳香族ポリカーボネート樹脂をPC-1と略称する。

【0091】[参照例2]PC-1においてエステル化触媒をNaOH0.00004部(1μmol/1molビスフェノールA)に変えた以外は実施例1と同様な操作を行い、粘度平均分子量24,300、末端水酸基濃度16mol%、相対蛍光強度2×10<sup>-3</sup>の芳香族ポリカーボネート樹脂を得た。以下、この芳香族ポリカーボネート樹脂をPC-2と略称する。

【0092】[参照例3]末端停止剤として2-メトキシカルボニルフェニルフェニルカーボネートを用いない以外はPC-1と同様な操作を行い、粘度平均分子量24,300、末端水酸基濃度52mol%、相対蛍光強度1×10<sup>-3</sup>の芳香族ポリカーボネート樹脂を得た。以下、この芳香族ポリカーボネート樹脂をPC-3と略称する。

【0093】[参照例4]末端停止剤として2-メトキシカルボニルフェニルフェニルカーボネートを用いない以外はPC-1と同様な操作を行い、粘度平均分子量14,600、末端水酸基濃度54mol%、相対蛍光強度1×10<sup>-3</sup>の芳香族ポリカーボネート樹脂を得た。以下、この芳香族ポリカーボネート樹脂をPC-4と略称する。

【0094】[比較参照例1]ビスフェノールA、228重量部、ジフェニルカーボネート220重量部及びエステル交換触媒；ビスフェノールAのNa2塩(1.36×10<sup>-3</sup>重量部；Naとして10μmol/1mol

ビスフェノールA)及びテトラメチルアンモニウムヒドロキシド(9.1×10<sup>-3</sup>重量部;100μmol/1molビスフェノールA)を攪拌装置、蒸留塔及び減圧装置を備えた重合槽に仕込み窒素置換した後、140℃で溶解した。30分間攪拌後、内温を180℃に昇温し、内圧100mmHg30分間反応させ、生成するフェノールを溜去した。ついで内温を200℃に昇温しつつ徐々に減圧し50mmHgで30分間フェノールを溜去しつつ反応させた。更に220℃、30mmHgまで徐々に昇温、減圧し、同温度、同圧下で30分間、更に、240℃、10mmHg、250℃、1mmHgまで上記と同じ手順で昇温、減圧を繰り返して反応を続行した。

【0095】最終的に280℃～285℃でカーボネートの重縮合を継続しつつポリマーを得た。この芳香族ポリカーボネート樹脂の粘度平均分子量24,200、末端水酸基濃度51モル%、相対蛍光強度6×10<sup>-3</sup>であった。以下、この芳香族ポリカーボネート樹脂をCEX-1と略称する。

【0096】[比較参照例2]芳香族ポリカーボネート樹脂の粘度平均分子量を変更した以外は、CEX-1と同様な操作を行い、粘度平均分子量14,600、末端水酸基濃度52モル%、相対蛍光強度6×10<sup>-3</sup>であった。以下、この芳香族ポリカーボネート樹脂をCEX-2と略称する。

【0097】[実施例1～10、比較例1～2]表1、2記載の芳香族ポリカーボネート樹脂ペレットとリン系安定剤またはその組成物を表1、2記載の重量基準でブレンドし、押出機を用いてペレット化した。このペレットを用いて各種の評価を行い、その結果を表1、2に示した。

\*【0098】尚、表1、2記載のリン系安定剤等は以下の通りである。

①B-1安定剤

テトラキス(2,4-ジ-tert-ブチルフェニル)-4,4'-ビフェニレンジホスホナイト、テトラキス(2,4-ジ-tert-ブチルフェニル)-4,3'-ビフェニレンジホスホナイトおよび、テトラキス(2,4-ジ-tert-ブチルフェニル)-3,3'-ビフェニレンジホスホナイトの100:50:10(重量比)混合物

②B-2安定剤

ビス(2,4-ジ-tert-ブチルフェニル)-4-フェニルフェニルホスホナイトおよびビス(2,4-ジ-tert-ブチルフェニル)-3-フェニルフェニルホスホナイトの5:3(重量比)混合物

③B-3安定剤

トリス(2,4-ジ-tert-ブチルフェニル)ホスファイト(安定剤中のCl含有量20ppmおよび52ppm)

④B-4安定剤

トリメチルホスフェート(安定剤中のCl含有量6400ppm)

⑤B-5安定剤

ジオクタデシルペンタエリスリトールジホスファイト(安定剤中のCl含有量5000ppm)

⑥B-6安定剤

ジメチルフェニルホスホネート(安定剤中のCl含有量4600ppm)

⑦亜リン酸

【0099】

【表1】

\*

	種類	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	比較例1
芳香族ポリカーボネート樹脂	PC-1	PC-1	PC-1	PC-1	PC-1	PC-1	PC-2	PC-3	CEX-1
	蛍光強度	1×10 <sup>-8</sup>	1×10 <sup>-8</sup>	1×10 <sup>-8</sup>	1×10 <sup>-8</sup>	1×10 <sup>-8</sup>	2×10 <sup>-8</sup>	1×10 <sup>-8</sup>	6×10 <sup>-8</sup>
	末端水酸基濃度(モル%)	14	14	14	14	14	16	54	51
	粘度平均分子量	24300	24300	24300	24300	24300	24300	24300	24200
リン系安定剤組成物中のCl含有量(ppm)	①B-1安定剤	71					71	71	
	②B-2安定剤	15					15	15	
	③B-3安定剤	14	100				14	14	100
	④B-4安定剤			100					
	⑤B-5安定剤				100				
	⑥B-6安定剤					100			
	PG100重量部に対するリン系安定剤組成物の添加量(重量部)	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03
評価結果	接着強度(Kg/cm <sup>2</sup> )	127	122	121	120	119	127	115	99
	成形耐熱性ΔE(340℃)	0.07	0.09	0.11	0.12	0.11	0.07	0.09	0.32
	耐湿熱疲労性	6.8×10 <sup>3</sup>	6.6×10 <sup>3</sup>	5.5×10 <sup>3</sup>	5.6×10 <sup>3</sup>	5.2×10 <sup>3</sup>	6.6×10 <sup>3</sup>	5.9×10 <sup>3</sup>	3.2×10 <sup>3</sup>

【0100】

※ ※【表2】

		実施例8	実施例9	実施例10	比較例2
芳香族ポリ カーボネート樹脂	種類	PC-4	PC-4	PC-4	CEX-2
	蛍光強度	$1 \times 10^{-3}$	$1 \times 10^{-3}$	$1 \times 10^{-3}$	$6 \times 10^{-3}$
	末端水酸基濃度(モル%)	54	54	54	51
	粘度平均分子量	14600	14600	14600	14600
リン系安定剤組成物中のCl含有量(ppm)		1100	20	12	52
リン系安定剤組成 (重量%)	①B-1安定剤	7.1			
	②B-2安定剤	15			
	③B-3安定剤	14	100	60	100
(7)亜磷酸				40	
PC100重量部に対する リン系安定剤組成物の添加量(重量部)		0.03	0.03	0.0025	0.03
評価結果	成形耐熱性 $\Delta E(340^{\circ}\text{C})$	0.07	0.08	0.12	0.3
	耐湿熱疲労性	$6.2 \times 10^3$	$6.1 \times 10^3$	$5.2 \times 10^3$	$2.9 \times 10^3$
	白色欠点	0.2	0.3	0.1	5.4

## 【0101】

【発明の効果】本発明の芳香族ポリカーボネート樹脂組成物は、ポリカーボネート樹脂本来の透明性を保ちつつ、成形耐熱性、耐湿熱疲労性、接着性に優れ、また高温高湿下で長時間放置した際、光ディスク基板内に10～100 $\mu$ 程度の球状の白色欠点が発生し難い芳香族ポリカーボネート樹脂組成物である。それ故、光ディスク、眼鏡レンズ、フレネルレンズ、人工腎臓、ボトル、自動車、新幹線等の車両や住宅の窓ガラス用シート、アーケード、防風・防音・防雪用の道路壁、位相差フィルム等の各種工業用途に用いられ、特に光ディスク、シート用途に有用であり、その工業的価値が高い。

## 【図面の簡単な説明】

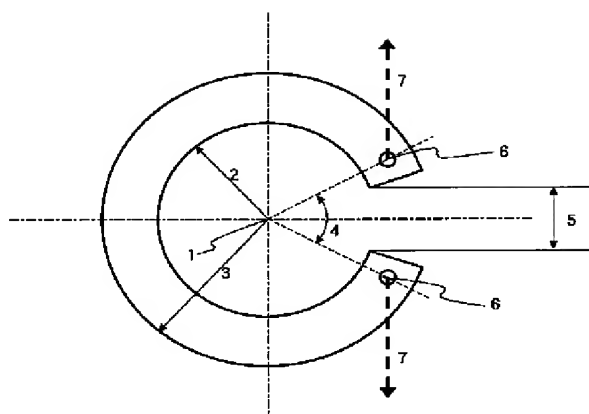
【図1】耐湿熱疲労性を評価するために使用した、いわ\*

\*ゆるC型サンプルの正面図である。なおサンプルの厚みは3mmである。符号6で示される孔の部分に試験機の治具を通し、符号7で示される垂直方向に所定の荷重をかけて試験を行う。

## 【符号の説明】

- 1 C型形状の二重円の中心
- 2 二重円の内側円の半径(20mm)
- 3 二重円の外側円の半径(30mm)
- 4 治具装着用孔の位置を示す中心角(60°)
- 5 サンプル端面の間隙(13mm)
- 6 治具装着用孔(直径4mmの円であり、サンプル幅の中央に位置する)
- 7 疲労試験時におけるサンプルに課される荷重の方向

【図1】



フロントページの続き

Fターム(参考) 4J002 CG001 CG011 CG021 CG031  
EW046 EW066 EW086 EW106  
EW126 FD036 GB01 GG01  
GL00 GM00 GN00 GP00 GP01  
4J029 AA09 AB01 AD01 AD10 AE05  
BB04A BB05A BB10A BB12A  
BB12B BB12C BB13A BB13B  
BB16C BC05A BC06A BD09A  
BD09B BD09C BE05A BE07  
BF03 BF14A BF26 BG03  
BG08X BG08Y BH02 DB07  
DB11 DB13 HC03 HC04A  
HC05A HC05B JA091 JA121  
JA161 JA201 JB183 JC091  
JC093 JC472 JC482 JC582  
JC633 JF021 JF031 JF041



**PAT-NO:** JP02001031752A  
**DOCUMENT-IDENTIFIER:** JP 2001031752 A  
**TITLE:** AROMATIC POLYCARBONATE RESIN  
COMPOSITION  
**PUBN-DATE:** February 6, 2001

**INVENTOR-INFORMATION:**

NAME	COUNTRY
OHIRA, YOJI	N/A

**ASSIGNEE-INFORMATION:**

NAME	COUNTRY
TEIJIN CHEM LTD	N/A

**APPL-NO:** JP11207247  
**APPL-DATE:** July 22, 1999

**INT-CL (IPC):** C08G064/04 , C08G064/30 ,  
C08K005/49 , C08L069/00

**ABSTRACT:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a polycarbonate resin composition having excellent molding- heat resistance, resistance to wet-heat fatigue, and adhesiveness as well as its inherent transparency and giving an optical disc scarcely forming spherical white defects even when left for a long time by compounding an aromatic polycarbonate resin having a specified relative fluorescent

intensity and a specified viscosity-average molecular weight with a phosphorus stabilizer having a specified concentration of phosphorous acid, chlorine atoms, and chloride ions in a specified ratio.

SOLUTION: This composition is prepared by compounding 100 pts.wt. aromatic polycarbonate resin having a relative fluorescent intensity of at most  $4 \times 10^{-3}$  and a viscosity-average molecular weight of 10,000-50,000 and obtained by the melt polymerization of a dihydric phenol and a carbonic ester with 0.0001-0.15 pt.wt. mixture comprising phosphorus stabilizers represented by the formula (wherein Ar1 is an aromatic group optionally having alkyl substituents) and a like formula and having a total concentration of phosphorous acid, chlorine atoms, and chlorine ions of 1-11,000 ppm. The dihydric phenol is desirably a homopolymer of bisphenol A, and the carbonic ester is desirably diphenyl carbonate.

COPYRIGHT: (C) 2001, JPO